Journal of Metallurgical and Materials Engineering, 35, 2. 2024.(77-94)

Ferdowsi University of Mashhad

Journal of Metallurgical and Materials Engineering

https://jmme.um.ac.ir

Iron&Steel Society of Iran

Optimization of Fracture Toughness and Hardness by Taguchi Method in ZrB_2-SiC_{np}-ZrC-CNFs

Research Article

Gholamreza Davoudi[1], Mohammad Morad Sheikhi[2], Zohre Balak[3], Shahrouz Yosefzadeh[4]

DOI: 10.22067/jmme.2024.85569.1131

1- Introduction

ZrB_2 has a combination of mechanical and physical properties, which has made it an attractive material for high-temperature applications and of interest to researchers in recent years. Such as good properties have been made it a potential and actual candidate in the aerospace industry (rocket or projectile propellant, etc.), abrasive applications, cutting tools and turbines, refractory crucibles, furnace elements, high-temperature spray nozzles, and additives in composite systems.

In addition to the problem of its sinter ability, ZrB_2, like other ceramic materials, is inherently brittle, which limits its application in the monolithic phase.

Carbon with different sources and morphologies has been used as a sintering aid to improve the sinter ability or mechanical properties of monolithic ZrB_2 or ZrB_2-SiC composite. Carbon improves the sinter ability of ZrB_2 or ZrB_2-SiC by reacting with oxide impurities on the surfaces of primary powders such as ZrO_2/B_2O_3 on ZrB_2 and SiO_2 on SiC particle surfaces and minimizing or removing them. It is reported that chopped carbon fibers improve the fracture toughness of ZrB_2-SiC composites by activating the mechanisms of fiber deboning, bridging, pull-out, and crack deviation. In addition to carbon, the addition of carbides also helps to improve densification with a similar mechanism.

This research aims to optimize the chemical composition and sintering parameters to achieve a composite with desirable mechanical properties. For this purpose, the variables (ZrC, CNFs, T, and t) were defined in three levels. Due to the high number of samples required for optimization, Taguchi's experimental design was used using Minitab software. Also, ANOVA analysis was used to determine the importance of each variable. The novelty of this research is the investigation of chemical composition, the use of carbon fiber and SiC particles on the nanoscale, on the sintering parameters simultaneously which according to the author's knowledge, has not been studied before

2- Experimental procedure

Firstly, the initial materials consisting of ZrB_2 (2 μm, Northwest Institute for Non-Ferrous Metal Research, China, > 99), SiC_{np} (45 nm, Twig LeafLane, USA, > 99), CNFs (OD: 200-600nm, L < 50 μm, Twig LeafLane, USA, > 99) and ZrC (< 10 μm, Alfa-Aesar, > 99) were purchased. Four variables (ZrC, CNFs, temperature, and time sintering) in three levels (were defined for mechanical properties optimization. Hence, the DOE method was applied to reduce the required samples. According to the number of variables and their levels, the L_9 array was determined by Taguchi: (Temperature) are 1725, 1800, and 1875 ℃, B (Time) are 4, 7 and 11 min, C(CNFs) are 5, 10 and 15 Vol% and D (ZrC) are 5, 10 and 15 Vol%.

To obtain the homogenous mixture of powders, a planetary ball mill was used. The sintering process was conducted via SPS (SPS: 20T-10, China). Then, the samples were polished to remove the graphite and reach a smooth surface. Finally, to evaluate the microstructure and mechanical properties, the samples were cut by the wire-cut method. X-ray diffraction (XRD, (Bruker Advance D8, and Germany)) was applied to phase identification. Scanning electron microscopy (Vega Tscan, Czech Republic) was employed for microstructural evaluation. The hardness of samples was evaluated by the Macro-Vickers method with a diamond indenter (Zwick Roell, ZHV 10, Germany) under the 30 Kg load for 15 s on the polished sections as an average of 5 indentations. Indentation fracture toughness (K_{IC}) was estimated from

*Manuscript received: December 1, 2023, Revised February 21, 2024, Accepted, April 3, 2024 .

[1] PHD student, Department of Mechanical Engineering, Aligudarz Branch, Islamic Azad University, Aligudarz, Iran.

[2] Associate Professor, Faculty of Mechanical Engineering, Shahid Rajaee Teacher Training University, Tehran, Iran.

[3] Corresponding Author. Associate Professor, Department of Materials Science and Engineering, Ahvaz Branch, Islamic Azad University, Ahvaz, Iran. **Email:** zbalak1983@gmail.com

[4] Assistant Professor, Department of Mechanical Engineering, Aligudarz Branch, Islamic Azad University, Aligudarz, Iran.

the lengths of the diagonal indentation-induced cracks after Vickers hardness measurements.

3- Results and Discussion

The values of open porosity, hardness, and fracture toughness of all samples are presented in Table 1. To investigate the effect of each variable (temperature, time, SiC, and CNFs) the data were entered in Minitab software and their signal-to-noise values were obtained. sample 8 has the best mechanical properties and sample 1 has the lowest properties. Analysis of variance (ANOVA) was used to determine their importance and effectiveness.

Table 1. Results of porosity, hardness, and fracture toughness

samples	Result		
	Porosity %	Hardness (HV)	Fracture Toughness ($MPa.m^{1/2}$)
1	12.11±0.7	190±10	3.8±0.1
2	9.60±0.6	249±15	5.0±0.2
3	9.20±0.5	231±14	4.9±0.1
4	5.80±0.4	272±20	5.4±0.2
5	6.11±0.4	275±22	5.8±0.3
6	3.22±0.3	290±25	5.7±0.2
7	1.25±0.2	297±27	6.7±0.3
8	0.11±0.08	400±33	7.3±0.4
9	1.04±0.1	320±28	7.0±0.3

In Figure 1, the X-ray diffraction pattern of the ZS-5 Vol% ZrC-20 Vol% CNFs composite sintered at 1800 ℃ and 7 min (sample 5) is given. According to the identified phases, no new phases have been identified except for the phases related to raw materials. This means that despite the high temperature of the sintering process of this sample, the primary powders did not react chemically with each other and therefore a new phase was not synthesized. In addition to XRD, an elemental distribution map was used for phase identification.

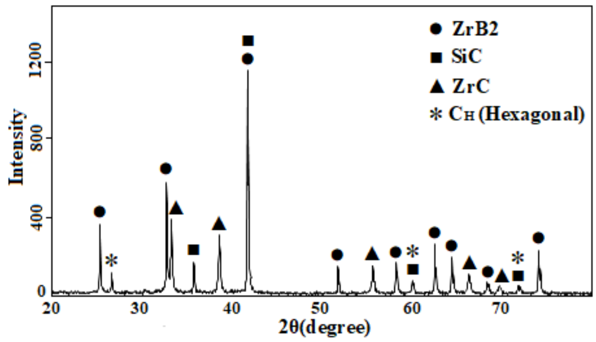


Figure. 1. XRD images of the composite 5.

Figure 2 shows the FE-SEM image of the polished cross-section of sample 5 along with its elemental distribution map, in which the identified elements include Zr, Si, C, and B.

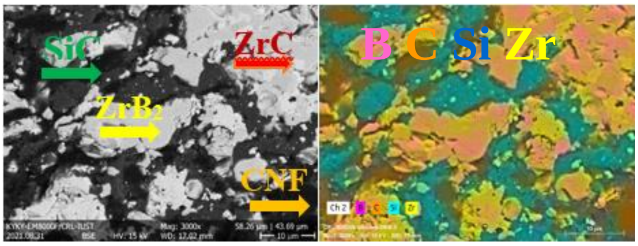


Figure. 2. Elemental map analysis of sample 5.

It is clear that sample 8 with the chemical composition of ZS-15ZrC-10CNF sintered at 1875°C for 7 minutes has the lowest amount of porosity (almost zero (0.1%)): it means that Sample 8 is almost completely consolidated. In contrast, in sample 1, which contains 5Vol% ZrC and 10 Vol% CNF and is sintered at 1725 °C for 4 minutes, the highest amount of porosity (12%) has been created. The presence of ZrC also reduces porosity, which may be related to the formation of a solid solution with ZrB_2. The addition of CNF increases the porosity in the sample to some extent.

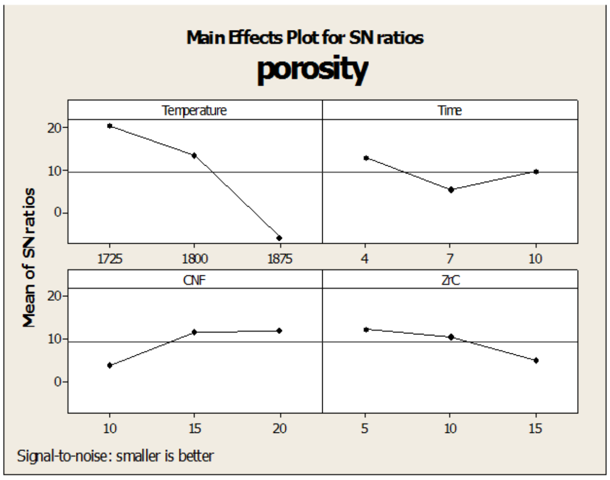


Figure. 3. S/N curves of porosity against T, t, ZrC, Cnf

The highest level of hardness was obtained in sample 8 which is equal to 400 and the lowest level was obtained in sample 1 which is equal to 190 Vickers.

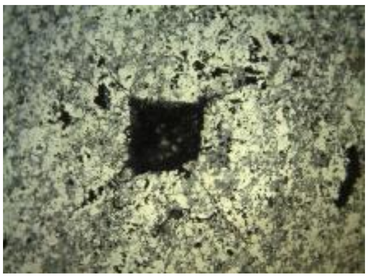


Figure. 4. Optical microscopy of indent induced in Sample 8

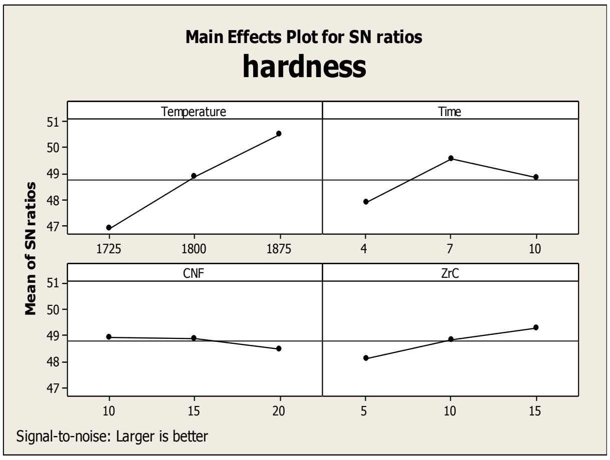


Figure. 5. S/N curves of hardness against T, t, ZrC, Cnf

The improvement of fracture toughness with the presence of carbon nanofibers can be attributed to its effect on the activation of toughening mechanisms such as crack deflection and branching. The fracture toughness values of samples 2, 5, and 8 were 5, 5.28, and 7.3 $MPm^{1/2}$, respectively (Table 1). Examining the crack propagation path in these samples (Figure 6) shows that in sample 8, more crack deflection mechanisms are activated and the crack goes a more tortuous path and thus consumes more energy in comparison with others.

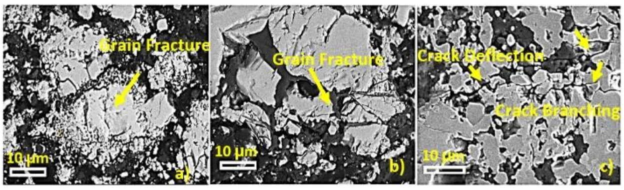


Figure. 6. FE-SEM images of the crack propagation of composites a) 2, b) 5, and c) 8 (Crack indentation)

4- Conclusion

ZrB_2 ceramics with different types and amounts of additives (both ZrC and CNFs) and processing conditions were sintered via SPS according to L_9 array. Since with the increase in temperature and time of the process, the porosity decreased significantly and the reduction of porosity is the most effective factor on the final hardness and toughness of the samples, so the hardness and fracture toughness also increased, which is the main reason for the efficiency of the SPS process in controlling the grain size. The in-situ synthesized ZrC phase, which has a higher density than other phases, is attached to ZrB_2 and ZrC particles. The presence of ZrC reduces the porosity, which is due to the formation of a solid solution with ZrB_2. Adding the volume percentage of CNF has increased the hardness and fracture toughness to some extent. Sample 8 has the highest Vickers hardness (400±33 kg/mm^2) and fracture toughness (7.3±0.4 $MPa.m^{1/2}$). In total, the synergism of CNF and ZrC up to 15 percent by volume had a positive and constructive effect in improving the physical, mechanical and microstructure properties.

مهندسی متالورژی و مواد، ۳۵، ۲، ۱۴۰۳. (۹۴-۷۷)

مهندسی متالورژی و مواد

https://jmme.um.ac.ir/

انجمن آهن و فولاد ایران

دانشگاه فردوسی مشهد

بهینه سازی چقرمگی شکست و سختی به روش تاگوچی در ZrB_2-SiCnp-ZrC-CNFs *

مقاله پژوهشی

غلامرضا داودی [۱] محمد مراد شیخی [۲] زهره بلک [۳] شهروز یوسف زاده [۴]

DOI: 10.22067/jmme.2024.85569.1131

چکیده *در این تحقیق، به بررسی اثر افزودن نانوذرات کاربید سیلیسیوم، کاربیدزیرکونیوم و نانوالیاف کربن در دماها و زمان های مختلف تف جوشی بر چقرمگی شکست و سختی سرامیک ZrB_2 پرداخته شده است. با توجه به تعداد بالای نمونه های مورد نیاز، (چهار متغیر در سه سطح) به منظور بهینه سازی چقرمگی شکست و سختی از طراحی آزمایش به روش تاگوچی با آرایه L_9 استفاده شد. سختی و چقرمگی شکست کامپوزیت های ساخته شده به روش تف جوشی با جرقه پلاسما، به روش های ماکرو ویکرز و اندازه گیری طول ترک مورد ارزیابی قرار گرفتند. نتایج نشان داد که نمونه ۸ با ترکیب شیمیایی -$ZrB_2$25Vol%SiC-15ZrC-10CNF تف جوشی شده در دمای ۱۸۷۵ درجه سانتی گراد به مدت ۷ دقیقه دارای بیشترین میزان سختی ماکرو ویکرز (۳۳±۴۰۰ کیلوگرم بر میلی متر مربع) و چقرمگی شکست (۰/۴±۷/۳ مگاپا سکال. جذر متر) است. هم چنین تحلیل واریانس (ANOVA) نشان داد که دما و زمان موثرترین متغیرها بر چقرمگی شکست (به ترتیب با سهم ۸۴ درصد و ۱۰/۵ درصد) و سختی (به ترتیب با سهم ۷۴/۳ و ۱۵/۹ درصد) هستند.*

واژه های کلیدی چقرمگی شکست، سختی، تف جوشی با جرقه پلاسما، روش تاگوچی، دی بوراید زیرکونیوم.

Optimization of Fracture Toughness and Hardness by Taguchi Method in ZrB_2-SiC_{np}-ZrC-CNFs

Gholamreza Davoudi Mohammad Morad Sheikhi Zohre Balak Shahrouz Yosefzadeh

Abstract *In this research, the effect of adding silicon carbide nanoparticles, zirconium carbide, and carbon nanofibers at different sintering temperatures and times on fracture toughness and hardness of ZrB2 ceramics has been investigated. Due to the high number of required samples (four variables in three levels) to optimize the fracture toughness and hardness, the design of the experiment (DOE) by the Taguchi method was used. The hardness and fracture toughness of the composites fabricated by spark plasma sintering (SPS) were evaluated by macro-Vickers and crack length measurement methods respectively. The results showed that sample 8 with the chemical composition of ZrB2-25Vol%SiC-15ZrC-10CNF sintered at 1875°C for 7 minutes has the maximum amount of HV hardness (400±33) and fracture toughness (7.3±0.4) Mpa.m$^{1/2}$. Also, analysis of variance (ANOVA) indicated that temperature and time are the most effective variables on fracture toughness (with contributions of 84% and 10.5% respectively) and hardness (with contributions of 74.3% and 15.9% respectively).*

Key words Fracture toughness, hardness, SPS, Taguchi, ZrB_2.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۲/۹/۱۰ و تاریخ پذیرش آن۱۴۰۳/۱/۱۵ می‌باشد.

(۱) دانشجوی دکتری، گروه مهندسی مکانیک، واحد الیگودرز، دانشگاه آزاد اسلامی، الیگودرز، ایران.

(۲) دانشیار، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه تربیت معلم شهید رجایی، تهران، ایران.

(۳) نویسنده مسئول: دانشیار، گروه علوم و مهندسی مواد، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران.

(۴) دانشیار، گروه مهندسی مکانیک، واحد الیگودرز، دانشگاه آزاد اسلامی، الیگودرز، ایران.

Email: zbalak1983@gmail.com

مقدمه

دی بوراید زیرکونیوم دارای ترکیبی از خواص مکانیکی و فیزیکی است که آن را برای کاربردهای دما بالا به ماده‌ای جذاب و مورد توجه محققین طی سال‌های اخیر تبدیل نموده است. این سرامیک دارای نقطه ذوب بالا (℃ ۳۲۴۵)، هدایت حرارتی بالا (WM-1K-1 ۵۷/۹)، مقاومت به شوک حرارتی خوب و ایده آل، ضریب انبساط حرارتی پایین ($℃^{-1}$ ۶-۱۰ x ۵/۹)، حفظ استحکام در دماهای بالا و پایداری شیمیایی می‌باشد [1]. خواصی چون پایداری شیمیایی خوب در برابر اسیدها، هدایت حرارتی و الکتریکی بالا و سختی بالا سبب شده اند که به عنوان یک کاندیدای بالقوه و بالفعل در صنایع هوافضا (اتاقک احتراق موشک، پیشرانه ی موشک یا پرتابه و ...) و کاربردهای سایشی، ابزار برش و توربین ها، بوته های ذوب ، نازل های اسپری های دما بالا و افزودنی در سیستم های کامپوزیتی جهت بهبود خواص مکانیکی و حرارتی مطرح شود [1-5].

مطالعات نشان می دهد که طی فرآیند تف جوشی فاز خالص دی بوراید بدون اعمال فشار، امکان رسیدن به چگالی کامل وجود ندارد که ناشی از پیوندهای کووالانسی قوی و ضریب نفوذ در خود پایین و به علاوه ساختار کریستالی هگزاگونال آن می باشد چراکه در ساختارهای هگزاگونال (شش ضلعی) رشد دانه ناهمسانگرد بوده و سبب حبس شدن تخلخل می شود [6,7]. در کاربردهای هوا–فضای این سرامیک‌ها، مطالعاتی پیرامون چگالش آن ها انجام شده، چرا که کاهش چگالش سبب کاهش خواص آن ها می‌شود. بدون استفاده از افزودنی‌ها، چگالش سرامیک ZrB_2 فقط در دمای بالای □۲۰۰۰ و با اعمال فشارهای MPa ۲۰–۳۰ یا دماهای کمتر (□۱۸۴۰–□۱۷۹۰) با اعمال فشارهای بالاتر امکان‌پذیر است. با وجود این که افزودن SiC سبب بهبود چگالش کامپوزیت ZrB_2-SiC می‌شود ولی هنوز هم دماهای تف جوشی بالای □۱۸۵۰ نیاز است[۷]. علاوه بر مشکل تف جوشی پذیری، ZrB_2 هم چون سایر مواد سرامیکی، به طور ذاتی شکننده است که کاربرد آن را به طور خالص محدود می نماید.

کربن با منابع و مورفولوژی‌های (شکل های) مختلف به عنوان کمک تف جوشی برای بهبود خواص مکانیکی ZrB_2 تک جزء یا ZrB_2-SiC مورد استفاده قرار گرفته است. در واقع کربن با واکنش با ناخالصی‌های اکسیدی روی سطوح پودرهای اولیه و به حداقل رساندن یا حذف آن ها هم چون ZrO_2/B_2O_3 روی ذرات ZrB_2 و SiO_2 روی سطوح SiC سبب بهبود فرآیند چگالش یا تف جوشی پذیری می‌شود. گزارش شده که الیاف کربن، از طریق فعال نمودن مکانیزم‌های گسیختگی (عدم اتصال) الیاف (fiber debonding)، پل‌زنی، بیرون زدن و انحراف ترک سبب بهبود چقرمگی شکست کامپوزیت‌های ZrB_2-SiC می‌شوند. علاوه بر کربن، افزودن کاربیدها نیز با مکانیزمی مشابه به بهبود چگالش کمک می‌نماید [8].

طی مطالعات انجام شده، مشخص شده که نوع روش نیز، پارامتری مؤثر بر چگالش و خواص مکانیکی می باشد. به عنوان مثال تف جوشی سریع روی سرامیک غیر اکسیدی B4C رشد دانه کمتر و چگالی نسبی بالاتری را در مقایسه با تف جوشی آهسته نشان می دهد. لذا، تف جوشی با جرقه پلاسما (SPS) که قابلیت گرم کردن نمونه تا ℃/min ۱۰۰۰ را دارد، به عنوان روشی جذاب برای رسیدن به UHTC (Ultrahigh Temperature ceramics) های چگال مطرح می باشد [9,10].

تاکنون مطالعات بسیاری پیرامون نوع افزودنی ها و مقدار آن ها، فرآیند تف جوشی و متغیرهای آن بر تف جوشی پذیری و خواص مکانیکی سرامیک ZrB_2 انجام شده است. با توجه نقش مؤثر و سازنده SiC و الیاف کربن در بهبود تف جوشی پذیری و چقرمگی شکست، به علاوه اثر مثبت آن ها و ZrC بر استحکام خمشی، هر سه بعنوان افزودنی در این تحقیق مورد مطالعه گرفت. نیز با توجه به کارآمدی فرآیند SPS در تف جوشی سرامیک های دما بالا ($UHTC_s$)، این روش انتخاب شد و پارامترهای دما و زمان تف جوشی نیز بعنوان متغیر درنظر گرفته شدند.

هدف این تحقیق بهینه سازی ترکیب شیمیایی و پارامترهای تف جوشی برای دستیابی به کامپوزیت با خواص مکانیکی مطلوب است. برای این منظور چهار متغیر شامل؛ کاربید زیرکونیوم، نانو الیاف کربن، دمای نگهداری و زمان ماندگاری (ZrC، CNFs، T و t) در سه سطح ۱و ۲ و ۳ مطابق جدول (۱) تعریف شدند. با توجه به تعداد بالای نمونه های مورد نیاز برای بهینه سازی، از طرح آزمایشی تاگوچی با استفاده از نرم افزار Minitab برای کاهش نمونه های مورد نیاز استفاده شد. هم چنین برای تعیین اهمیت هر یک از متغیرها از تحلیل ANOVA استفاده شد. نکته جدید و شاخص این تحقیق، بررسی ترکیبات شیمیایی و پارامترهای تف جوشی همزمان با استفاده از الیاف کربن و

ذرات SiC در مقیاس نانو است که با توجه به دانش نگارنده تاکنون مطالعه نشده است.

فعالیت های تجربی

در مرحله اول، مواد اولیه شامل ZrB2 (۲میکرومتر، موسسه شمال غرب برای تحقیقات فلزات غیر آهنی، چین، > ۹۹)، SiCnp (۴۵ نانومتر، Twig LeafLane، ایالات متحده، >۹۹) ، -200 :OD) CNFs ((600nm، L > ۵۰ میکرومتر، Twig LeafLane، ایالات متحده آمریکا، > ۹۹)) و ZrC (۳ میکرومتر، Alfa-Aesar، > ۹۹) خریداری شد. از آنجایی که در این تحقیق چهار متغیر (ZrC، CNFs، دما و زمان تف جوشی) در سه سطح برای بهینه سازی خواص مکانیکی تعریف شده است، (برای ساخت، ۳۴ نمونه نیاز است که عملا غیر ممکن است)، از این رو از روش طراحی آزمایشات DOE (Design of Experiment) برای بهینه سازی خواص مکانیکی استفاده شد. با توجه به تعداد متغیرها و سطوح آن ها، آرایه L9 توسط تاگوچی تعیین شد (جدول ۱ را ببینید) در این جدول، A، B، C و D، چهار متغیر مستقل معرفی شده و ۱ ، ۲ و ۳ سطوح هر متغیر هستند که به شرح زیر است؛ برای A (دما) ۱۷۲۵، ۱۸۰۰ و ۱۸۷۵ ℃، B (زمان) ۴، ۷ و ۱۱ دقیقه، C(CNFs)، ۱۰ و ۱۵ و ۲۰ درصد حجمی و D (ZrC)، ۵ و۱۰ و ۱۵ درصد حجمی هستند.

جدول ۱ طراحی آرایه L9 متعامد تاگوچی

D	C	B	A	نمونه ها
۱	۱	۱	۱	۱
۲	۲	۲	۱	۲
۳	۳	۳	۱	۳
۳	۲	۱	۲	۴
۱	۳	۲	۲	۵
۲	۱	۳	۲	۶
۲	۳	۱	۳	۷
۳	۱	۲	۳	۸
۱	۲	۳	۳	۹

قبل از فرآیند پخت، ترکیب شیمیایی هر نمونه بر اساس L_9 توزین شد. برای بدست آوردن مخلوط همگن پودرها از آسیاب گلوله ای سیاره ای استفاده شد. جزئیات در تحقیق قبلی ما ارائه شده است [11]. فرآیند پخت از طریق SPS (SPS: 20T-10، چین) انجام شد. سپس نمونه ها صیقل داده شدند تا گرافیت حذف شود و از طریق کاغذ سنباده ۲۰۰۰ به سطحی صاف برسد. در نهایت، برای ارزیابی ریزساختار و خواص مکانیکی، نمونه ها به روش وایرکات برش داده شدند. پراش اشعه ایکس (XRD، (Bruker Advance D8، آلمان)) برای شناسایی فاز استفاده شد. میکروسکوپ الکترونی روبشی (Vega Tescan، جمهوری چک و KYKY EM8000، چین) برای ارزیابی ریزساختاری استفاده شد. سختی نمونه ها به روش ماکرو ویکرز با فرو رونده الماسی (Zwick Roell, ZHV 10, Germany) تحت بار ۳۰ کیلوگرمی به مدت ۱۵ ثانیه بر روی مقاطع صیقلی به طور میانگین ۵ فرورفتگی (ایندنت) ارزیابی شد. چقرمگی شکست اثر ایندنت ها (KIC) از طول ترک‌های مورب ناشی از فرورفتگی پس از اندازه‌گیری سختی ویکرز برآورد شد.

نتایج و بحث

مقادیر تخلخل های باز، سختی و چقرمگی شکست تمامی نمونه ها در جدول (۲) ارایه شده است. به منظور بررسی اثر هر یک از متغیرها (دما، زمان، کاربید زیرکونیوم و الیاف کربن) بر آن ها (مقادیر به دست آمده درجدول ۲)، داده ها درنرم افزار Minitab وارد شده و مقادیر سیگنال به نویز آن ها به دست آمد. مقادیر سیگنال به نویز تخلخل، سختی و چقرمگی شکست تمامی نمونه ها درجدول (۳) ارایه شده است. با بررسی مقادیر ارایه شده در جداول (۲) و (۳)، مشاهده می شود که در میان تمامی ۹ کامپوزیت ساخته شده، نمونه ۸ دارای بهترین خواص مکانیکی و در مقابل نمونه یک دارای کمترین خواص مکانیکی می باشند. برای بررسی روند تأثیر هر یک از متغیرها با استفاده از مقادیر سیگنال به نویز به دست آمده در جدول (۳)، نمودار هریک به صورت مجزا رسم شده است. هم چنین برای مشخص نمودن میزان اهمیت و اثرگذاری آن ها، از آنالیز واریانس (ANOVA) استفاده شد.

جدول ۲ نتایج تخلخل، سختی و چقرمگی شکست همه نمونه ها

سختی (ویکرز)	چقرمگی (مگاپاسکال.جذر متر)	تخلخل باز ٪	نمونه ها
۱۹۰ ± ۱۰	۳/۸±۰/۱	۱۲/۱۱±۰/۷۰	۱
۲۴۹ ± ۱۵	۵/۰±۰/۲	۹/۶۰±۰/۶۰	۲
۲۳۱ ± ۱۴	۴/۹±۰/۱	۹/۲۰±۰/۵۰	۳
۲۷۲ ± ۲۰	۵/۴±۰/۲	۵/۸۰±۰/۴۰	۴
۲۷۵ ± ۲۲	۵/۸±۰/۳	۶/۱۱±۰/۴۰	۵
۲۹۰ ± ۲۵	۵/۷±۰/۲	۳/۲۲±۰/۳۰	۶
۲۹۷ ± ۲۷	۶/۷±۰/۳	۱/۲۵±۰/۲۰	۷
۴۰۰ ± ۳۳	۷/۳±۰/۴	۰/۱۱±۰/۰۸	۸
۳۲۰ ± ۲۸	۷/۰±۰/۳	۱/۰۴±۰/۱۰	۹

جدول ۳ نسبت S/N برای همه نتایج (تخلخل، سختی و چقرمگی شکست)

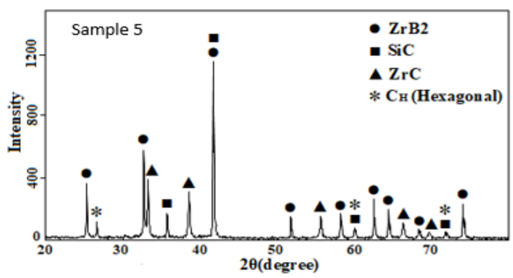
سختی (ویکرز)	چقرمگی (مگاپاسکال.جذر متر)	تخلخل باز ٪	نمونه ها
۴۵/۵۷۵۱	۱۱/۵۹۵۷	۲۱/۶۶۲۹	۱
۴۷/۹۲۴۰	۱۳/۹۷۹۴	۱۹/۶۴۵۴	۲
۴۷/۲۷۲۲	۱۳/۸۰۳۹	۱۹/۲۷۵۸	۳
۴۸/۶۹۱۴	۱۴/۶۴۷۹	۱۵/۲۶۸۶	۴
۴۸/۷۸۶۷	۱۵/۲۶۸۶	۱۵/۷۲۰۸	۵
۴۹/۲۴۸۰	۱۵/۱۱۷۵	۱۰/۱۵۷۱	۶
۴۹/۴۵۵۱	۱۶/۵۲۱۵	۱/۹۳۸۲	۷
۵۲/۰۴۱۲	۱۷/۲۶۶۵	۱۹/۱۷۲۱	۸
۵۰/۱۰۳۰	۱۶/۹۰۲۰	۰/۳۴۰۷	۹

شناسایی فاز

در شکل (۱)، الگوی پراش اشعه ایکس (xrd) کامپوزیت -ZrB_2 25 Vol% SiC-5 Vol% ZrC-20CNFs که در دمای ℃ ۱۸۰۰ و زمان ۷ دقیقه پخته شده است (نمونه ۵) آورده شده است. فازهای شناسایی شده شامل ZrB2، SiC، ZrC و کربن است. با توجه به فازهای شناسایی شده به نظر می رسد به غیر از فازهای مربوط به مواد اولیه، فاز جدیدی شناسایی نشده است. این بدان معنی است که با وجود دمای بالای فرآیند تف جوشی این نمونه (۱۸۰۰ درجه سانتیگراد)، پودرهای اولیه با یکدیگر واکنش شیمیایی نداده و در نتیجه فاز جدیدی سنتز نشد. برای بررسی دقیق تر، تمام واکنش های شیمیایی ممکن بین پودرهای اولیه از نقطه نظر ترمودینامیکی با استفاده از نرم افزار HSC مورد بررسی قرار گرفت. نتایج این بررسی ها در جدول (۴) ارائه شده است.

مشاهده می شود که تنها فازهای جدیدی که می توانند در طی واکنش های ترمودینامیکی (۱)-(۳) تشکیل شوند، شامل ZrB_2، ZrC و SiC هستند. به عبارت دیگر، بخشی از پیک های شناسایی شده در الگوی XRD (شکل ۱) مربوط به دانه های ZrB_2، ZrC و SiC است که به تازگی سنتز شده اند و از طریق واکنش های کربوترمال (کربن گرمایی) با ناخالصی های اکسیدی که سطح ذرات اولیه آن ها را می پوشانند (B_2O_3، SiO_2، ZrO_2) ایجاد شده اند. کربن در انواع مختلف مانند گرافیت [4]، نانو کربن سیاه [3]، نانولوله کربنی [8]، گرافن [9] و فیبر کربن [12] می‌تواند با ناخالصی‌های اکسید واکنش نشان دهد اگر دما به اندازه کافی بالا باشد. به عنوان مثال، ژو و همکاران. [13] با موفقیت سرامیک ZrB_2 تقویت شده با مقادیر ۲۰ vol SiC٪ و ۵ vol٪ کربن سیاه را با روش پرس داغ در دمای ℃ ۱۹۰۰ ساختند به نحوی که نمونه مورد نظر به تراکم کامل رسید. در حالی که کربن با ناخالصی ها واکنش می دهد، ذرات بسیار ریز ZrB2 و ZrC با قابلیت تف جوشی بالا روی سطح پودرهای اولیه ایجاد می شوند. از آنجایی که، این ذرات فوق‌العاده ریز جدید به دلیل به حداقل رساندن انرژی آزاد سطح، نیروی محرکه بالاتری برای چگالش دارند، در نتیجه باعث افزایش قابلیت تف جوشی می‌شوند.

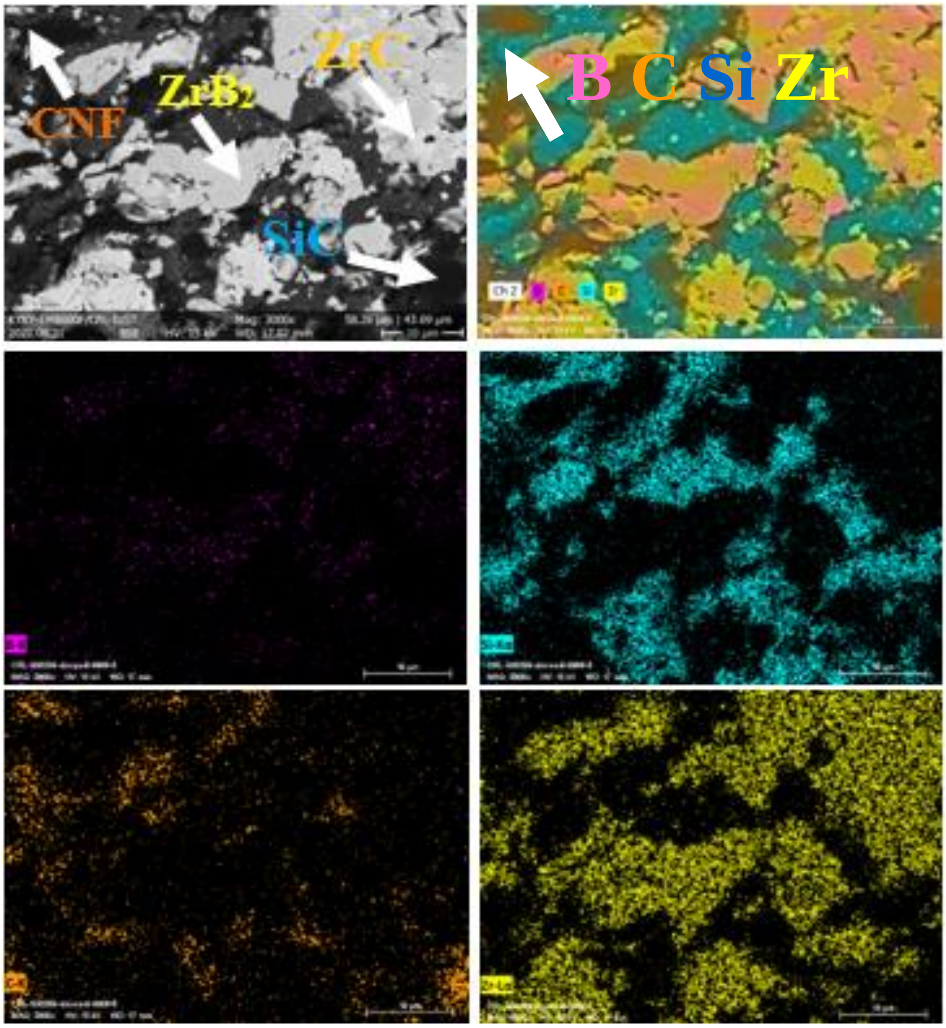
علاوه بر تجزیه و تحلیل XRD، نقشه توزیع عنصری برای شناسایی فاز استفاده شد. شکل (۲) تصویر FE-SEM از مقطع صیقلی نمونه ۵ را به همراه نقشه توزیع عنصری آن نشان می دهد. مشاهده می شود که عناصر شناسایی شده شامل Zr، Si، C و B هستند. با توجه به نحوه توزیع عناصر و مطالعات قبلی انجام شده در این زمینه [14] می توان نتیجه گرفت که ریزساختار حاوی ZrC و ZrB2 با رنگ تقریبا خاکستری و SiC با رنگ سیاه است. برای شناسایی نانوالیاف کربنی، سطح شکست نمونه بررسی شد. شکل (۳) تصویر سطح شکست نمونه ۵ را نشان می دهد. با توجه به تحلیل نقطه ای، نقاط ۳۴۲ و ۳۴۳ مربوط به نانوالیاف کربن است



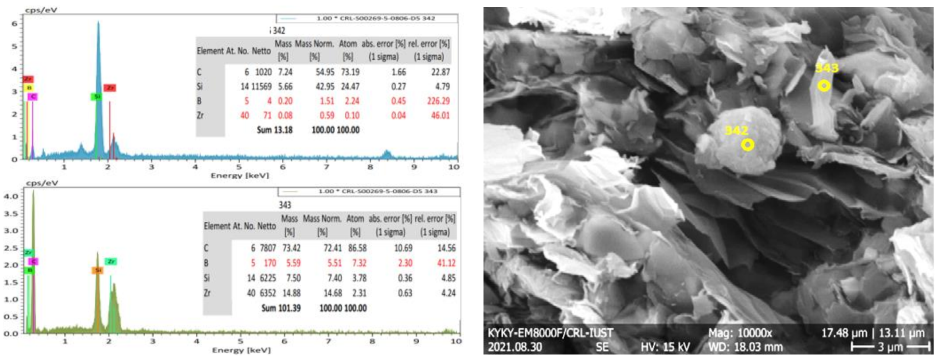
شکل ۱ تصویر XRD از کامپوزیت ۵

جدول ۴ واکنش های شیمیایی بین پودرهای اولیه و ناخالصی های اکسید همراه با ΔG۱۸۰۰ آن ها

Reaction		$\Delta G_{1800\,°C}$
5Cnf +B2O3(l)+ZrO2 =ZrB2 +5CO(g)	(1)	-53.78
3Cnf +ZrO2 =2CO (g)+ZrC	(2)	-10.4
3Cnf +SiO_2=SiC+2CO (g)	(3)	-21.6
ZrB_2+SiC=ZrC+B_4C	(4)	108.19



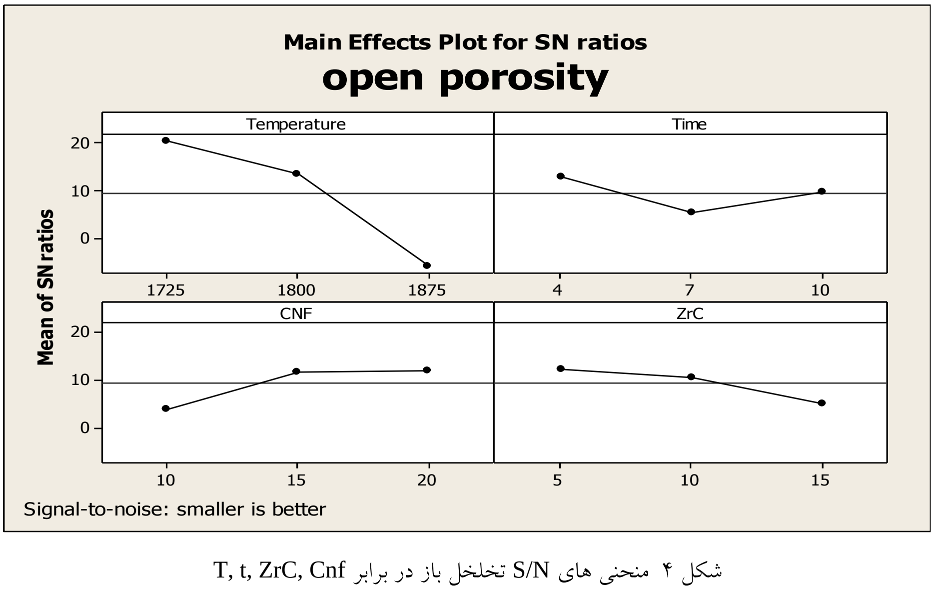
شکل ۲ آنالیز نقطه ای (سطح) نمونه ۵



شکل ۳ آنالیز نقطه ای (سطح شکست) نمونه ۵

تخلخل و سختی

درصد تخلخل های باز به عنوان معیاری برای ارزیابی میزان چگالش کامپوزیت های ساخته شده، اندازه گیری و در جدول (۲) ارائه شده است. واضح است که نمونه ۸ با ترکیب شیمیایی ZrB_2-25Vol%SiC-15ZrC-10CNF تف جوشی شده در دمای ۱۸۷۵ °C، زمان ۷ دقیقه دارای کمترین میزان تخلخل (تقریبا صفر (۰/۱٪)) می باشد: به این معنی که نمونه ۸ تقریبا به طور کامل تف جوشی شده است. در مقابل در نمونه یک که حاوی 5Vol%ZrC و10CNF می باشد و در دمای ۱۷۲۵ °C و زمان ۴ دقیقه تف جوشی شده، بیش ترین میزان تخلخل (۱۲٪) ایجاد شده است. با توجه به اینکه هر چهار متغیر درصد کاربیدزیرکونیوم، نانوالیاف کربن، دما و زمان در این دو نمونه متفاوت می باشد، به منظور مشخص نمودن تأثیر هریک از متغیرها بر میزان تخلخل، میزان S/N هر ۹ نمونه با استفاده از نرم افزار MINITAB و در ادامه نمودارهای S/N تخلخل برحسب هر یک از آن ها به طور جداگانه رسم شد (شکل ۴). واضح است که افزایش دما به طور پیوسته سبب کاهش تخلخل ها می شود. زمان تف جوشی نیز تا ۷ دقیقه کاهش تخلخل ها شده ولی افزایش بیش تر آن تأثیر محسوسی ندارد. حضور ZrC نیز سبب کاهش میزان تخلخل می شود که دلیل آن تشکیل محلول جامد با ZrB2 است. افزودن نانوالیاف کربن تا حدودی سبب افزایش تخلخل در نمونه می شود که دلیل آن آگلومره یا کلوخه ای شدن نانوالیاف کربن باشد. نصیری و همکارانش [15] تأثیر الیاف کربن خرد شده را بر تراکم و خواص مکانیکی نانوکامپوزیت -ZrB_2 SiC-Cf تهیه شده با روش پخت بدون فشار در دماهای ۲۱۰۰ °C و ۲۱۵۰ °C بررسی کردند. آن ها از پودرهای ZrB2 و SiC به ترتیب در ۱۰ میکرومتر و ۴۰ نانومتر و الیاف کربن با قطر ۱/۵ و طول ۱۵۰ میکرومتر استفاده کردند و همین نتیجه را گزارش کردند (افزایش تخلخل با صعود فیبر کربن). همان طور که قبلا ذکر شد، Cnf از طریق واکنش های (۱) تا (۳) با ناخالصی های اکسید واکنش می دهد (جدول ۴)، و ZrB_2، SiC و ZrC جدید را همراه با محصولات گازی مانند CO در طی فرآیندهای تف جوشی ایجاد می کند. اول، آزادسازی محصولات گازی با افزایش مقدار الیاف کربن افزایش می‌یابد و منجر به افزایش تخلخل می‌شود. دوم، تفاوت در ضریب انبساط حرارتی بین الیاف کربن، SiC و ZrB_2 منجر به القای تنش کششی و فشاری در فاز زمینه و فاز ثانویه می‌شود و در نتیجه منجر به ایجاد تخلخل در سطح مشترک می شود. هم چنین با افزایش مقدار الیاف کربن، تجمع آن ها افزایش می یابد که متعاقبا از پخت پذیری کامل کامپوزیت جلوگیری می کند و باعث ایجاد تخلخل می شود. به منظور تعیین میزان اهمیت هر یک از متغیرها بر درصد تخلخل، از آنالیز واریانس استفاده شد. نتایج آنالیز واریانس درصد تخلخل ها درجدول (۵) آورده شده است. مشاهده می شود که دما، نانو الیاف کربن، کاربیدزیرکونیوم و زمان به ترتیب با ۷۸/۳، ۹٪، ۶/۴ و ۶/۳ بیش ترین تا کمترین میزان تأثیر را بر میزان تخلخل دارا می باشند. مشخص است که دما موثرترین فاکتور بر میزان تخلخل نمونه می باشد و سایر فاکتورها در این تحقیق از تأثیر بسیار کمتری برخوردار می باشند.

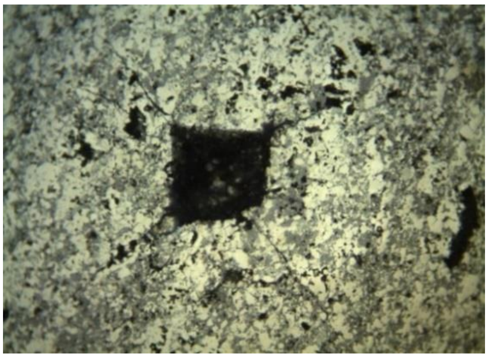


شکل ۴ منحنی های S/N تخلخل باز در برابر T, t, ZrC, Cnf

برای اندازه گیری سختی با روش ماکرو ویکرز، روی سطح پولیش شده هر نمونه ۵ ایندنت ایجاد شد. شکل (۵)، اثر ایندنت ایجاد شده در نمونه ۸ را نشان می دهد. اعداد سختی به دست آمده تمامی کامپوزیت های تفجوشی شده در جدول (۴) گزارش شده است. بیش ترین میزان سختی در نمونه ۸ و معادل ۴۰۰ ویکرز و کمترین میزان آن در نمونه یک و معادل ۱۹۰ ویکرز به دست آمد. مقادیر S/N سختی تمام نمونه ها در جدول (۳) لیست شده است؛ با استفاده از این مقادیر و نرم افزار minitab، نمودارهای S/N سختی برحسب متغیرهای تحقیق در شکل (۶) ارایه شده است. مشاهده می شود که میزان سختی با افزایش دما از ۱۷۲۵ تا ۱۸۷۵ درجه سانتی گراد به طور پیوسته افزایش می یابد. با توجه به مطالعات انجام شده [14] مشخص شده که اندازه دانه ریزساختار و میزان تخلخل موجود در آن دو عامل موثر بر سختی، می باشند. معمولا افزایش دما کاهش میزان تخلخل و افزایش اندازه را به دنبال دارد. با توجه به شکل (۴) و نتایج جدول (۵) نتیجه گیری شد که دما موثرترین عامل بر میزان بوده که با افزایش آن، تخلخل به طور چشمگیری کاهش می یابد. از سوی دیگر، در کار قبلی [11] مشخص شد که افزایش دما سبب افزایش اندازه دانه می شود. از این رو، دو عامل میزان تخلخل و اندازه دانه در تقابل با یکدیگر می باشند. روند مشاهده شده در نمودار S/N دما در شکل (۶)، بیانگر آن است که کاهش تخلخل در مقایسه با اندازه دانه عامل موثرتری در سختی نهایی نمونه می باشد. البته این موضوع می تواند ناشی از کارآیی فرآیند SPS در کنترل اندازه دانه نیز باشد.

بررسی پارامتر زمان بر سختی (شکل ۶) نشان می دهد که تا زمان تفجوشی ۷ دقیقه، روند نمودار افزایشی و پس آن کاهشی بوده است که با توجه به عملکرد مشابه زمان تفجوشی در مقایسه با دما بر دو پارامتر اندازه دانه و تخلخل، می توان علت این مسئله را به افزایش اندازه دانه در زمان ۱۰ دقیقه نسبت داد. علاوه بر پارامترهای فرآیند ساخت (دما و زمان تفجوشی)، ترکیب شیمیایی نیز از جمله عوامل موثر بر اندازه دانه و تخلخل و در نتیجه سختی می باشد. مشاهده می شود که حضور ZrC در ریزساختار در مقادیر ۵، ۱۰ و ۱۵ درصد حجمی، سبب افزایش سختی می شود. با توجه به نمودار تأثیر ZrC بر تخلخل (شکل۴) و آنچه پیش تر گفته شد، کاربیدزیرکونیوم تأثیر کمی بر میزان تخلخل دارد. در واقع دلیل اصلی افزایش سختی با حضور ZrC، عملکرد آن بعنوان یک ممانعت کننده از رشد دانه می باشد.

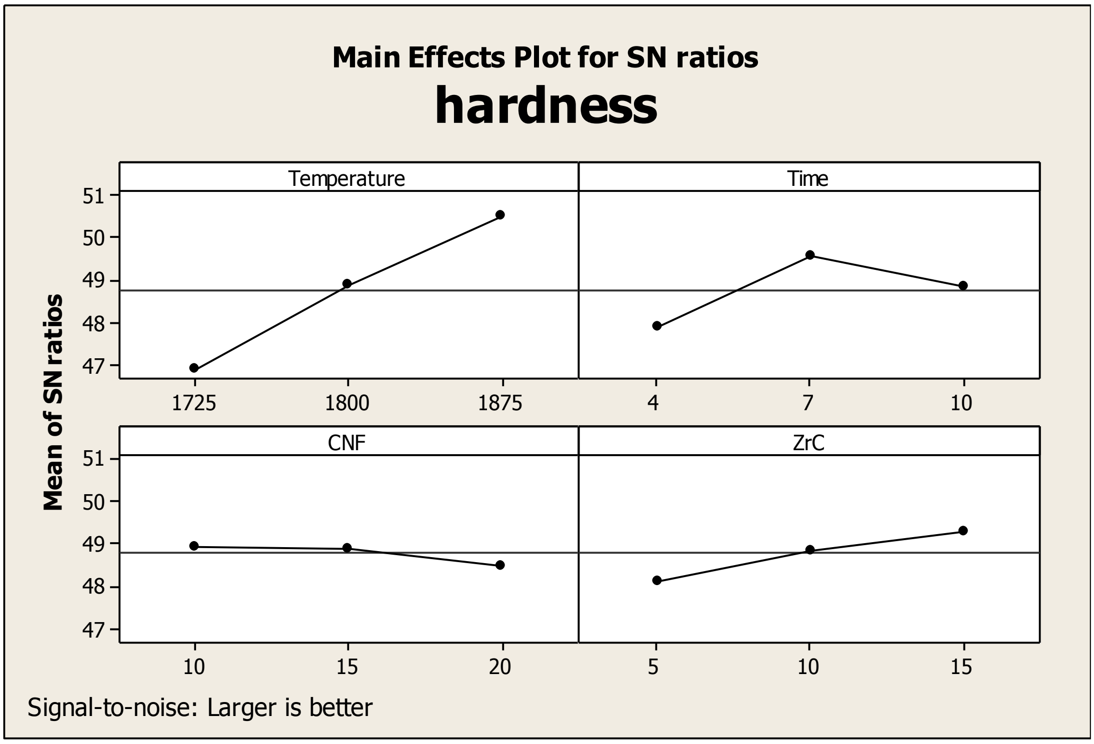
بررسی نمودار نانوالیاف کربن بیانگر عدم تأثیر محسوس آن بر سختی می باشد. کاهش اندک رخ داده شده در سختی درحضور ۱۵ درصد حجمی نانوالیاف کربن نیز ناشی از اثر منفی بر کاهش تخلخل می باشد. میزان اهمیت چهار متغیر مورد بررسی بر سختی، با استفاده آنالیز واریانس در جدول (۶) ارایه شده است. دما و زمان با ۷۴/۳ و ۱۵/۹درصد به ترتیب مؤثرین عوامل بر سختی می باشند. پس از آن، ZrC با ۸/۳٪ و CNF با ۱/۵٪ قرار دارند.



شکل ۵ اثر ایندنت ویکرز و مسیر ترک نمونه ۸

جدول ۵ نتایج ANOVA نشان دهنده اهمیت فاکتورهای SPS بر سختی

پارامترهای فرآیند	درجه آزادی (DOF)	مجموع مربعات (S)	واریانس (V)	مجموع خالص (S')	درصد مشارکت P(%)
دمای تفجوشی	۲	۱۹/۶۰۶۰	۹/۸۰۳۰۰	۱۹/۶۰۶۰	۷۴/۳
زمان ماندگاری	۲	۴/۲۵۰۴	۲/۱۲۵۲۲	۴/۲۵۰۴	۱۵/۹
نانو الیاف کربن	۲	۰/۳۶۶۱	۰/۱۸۳۰۴	۰/۳۶۶۱	۱/۵
کاربید زیرکونیوم	۲	۲/۱۲۲۲	۱/۰۶۱۴۵	۲/۱۲۲۲	۸/۳
خطای باقیمانده	۰				
مجموع	۸	۲۶/۳۴۵۴			۱۰۰



شکل ۶ منحنی های S/N سختی در برابر T, t, ZrC, Cnf

چقرمگی شکست

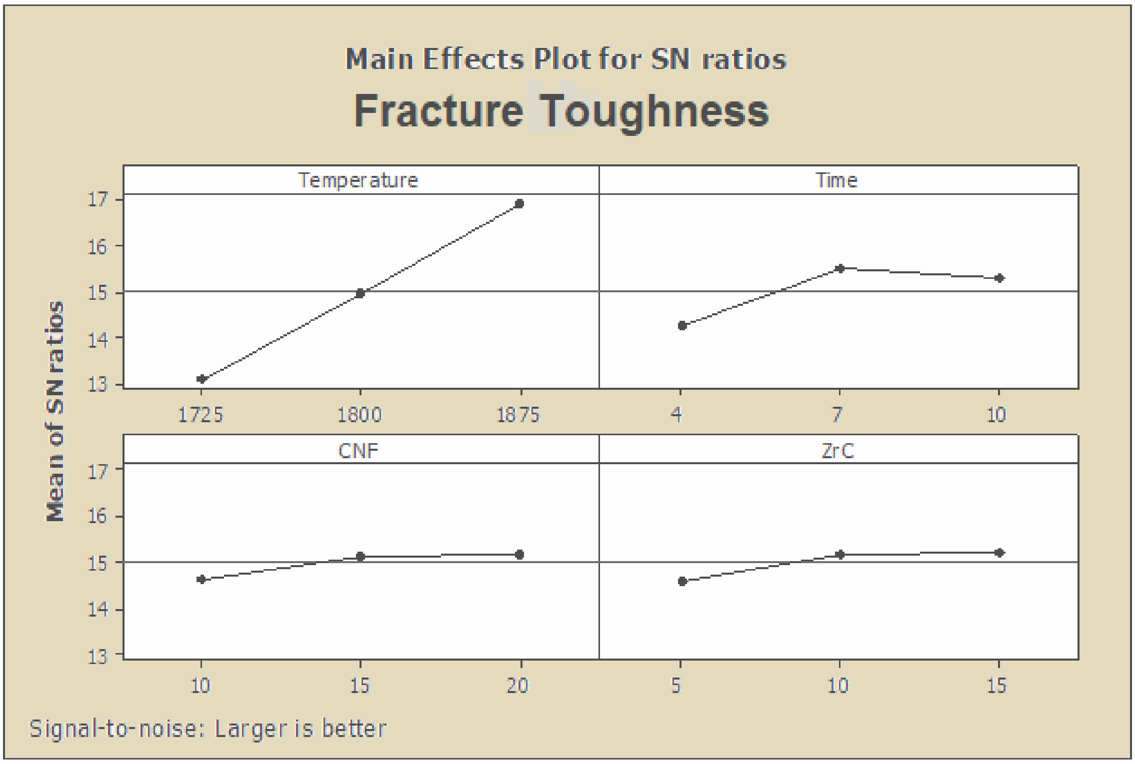
به منظور بررسی چقرمگی شکست کامپوزیت های ساخته شده، ابتدا مقادیر سیگنال به نویز آن ها با استفاده از نرم افزار minitab به دست آمد (جدول ۴). در ادامه با استفاده از این مقادیر، نمودارهای سیگنال به نویز چقرمگی شکست برحسب متغیرهای دما، زمان، کاربیدزیرکونیوم و نانوالیاف کربن در شکل (۷) رسم شده است. مشاهده می شود که با افزایش دما، از ۱۷۲۵ تا ۱۸۷۵ درجه سانتی گراد، چقرمگی شکست به طور پیوسته افزایش می یابد. طبق مطالعات پیشین [11] میزان تخلخل های موجود در ریزساختار و اندازه دانه فاز ثانویه از جمله عوامل مؤثر بر چقرمگی شکست می باشند به نحوی که با کاهش درصد تخلخل ها و اندازه دانه فاز ثانویه، چقرمگی بهبود می یابد. با توجه به اینکه در این تحقیق افزایش دما، از سویی کاهش میزان تخلخل ها را در پی دارد و از سویی دیگر، به دلیل کارآمدی فرآیند SPS در جلوگیری از افزایش قابل توجه اندازه دانه [11]، رشد چشمگیری در اندازه دانه رخ نداده است، افزایش دما، بهبود چقرمگی شکست را به همراه دارد. با توجه به شکل (۷)، بیش ترین میزان چقرمگی شکست در زمان ۷ دقیقه رخ داده و افزایش بیش تر زمان ماندگاری تا ۱۰ دقیقه سبب کاهش چقرمگی شکست نمونه شده است. بررسی روند تغییرات درصد تخلخل (شکل ۴) نشان می دهد که کمترین میزان تخلخل در زمان ۷ دقیقه رخ داده و در مقادیر بیش تر تغییر چندانی رخ نمی دهد، از این رو بهبود چقرمگی شکست را می توان به کاهش میزان تخلخل نسبت داد.

به علاوه بررسی ترکیب شیمیایی نمونه ها نشان می دهد (شکل ۷)، افزودن کاربیدزیرکونیوم و نانوالیاف کربن تا مقادیر ۱۰ درصد حجمی سبب افزایش چقرمگی شکست شده و با افزودن مقادیر بیش تر (۱۵ درصد حجمی) تقریبا ثابت باقی می ماند. اثر مثبت کاربیدزیرکونیوم بر چقرمگی شکست ناشی از عملکرد آن در جلوگیری از رشد دانه می باشد [11]. به علاوه همان گونه که در بخش قبلی گفته شد [11] کاربیدزیرکونیوم، از طریق تشکیل محلول جامد سبب کاهش میزان تخلخل می شود که بهبود چقرمگی شکست را به همراه دارد.

با اعمال انرژی شکست توسط نوک فرو رونده ویکرز (ایندنت)، عموما زمینه سرامیکی شکسته می شود، اما الیاف کربن با پل زدن در مسیر ترک ها، از شکستن زمینه جلوگیری می کند و استحکام شکست را تقویت می نماید. بهبود چقرمگی شکست با حضور نانوالیاف کربن را می توان ناشی از اثر آن بر فعال کردن مکانیزم های چقرمه شدن چون انحراف ترک و شاخه ای شدن نسبت داد. چرا که طی این مکانیزم ها، ترک مسیر پر پیچ و خم

تری را طی کرده و از این رو انرژی بیش تری را مصرف می کند که در نهایت سبب افزایش چقرمگی می شود. به منظور بررسی مکانیزم های چقرمه شدن، مسیر انتشار ترک در نمونه های ۲ و ۵ و ۸ در شکل (۸) ارائه شده است.

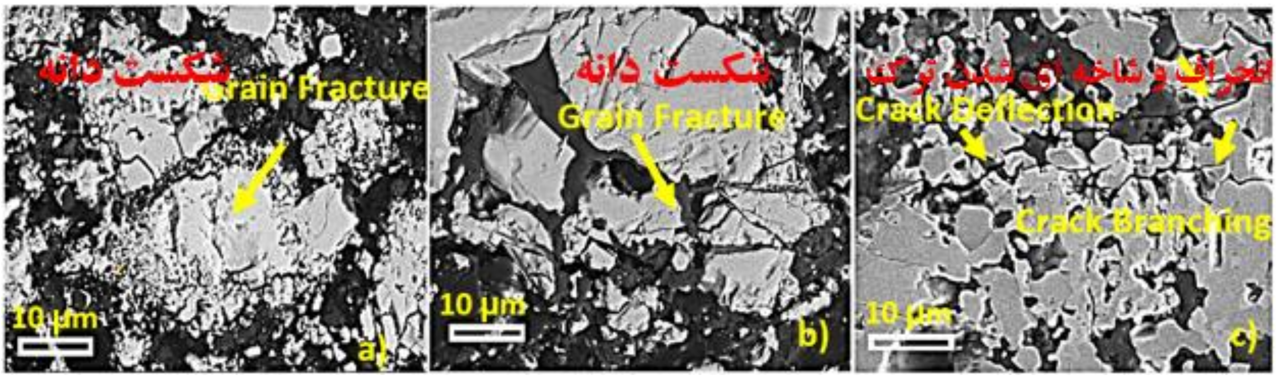
هم چنین تصاویر نقشه توزیع عناصر (map) در مسیر ترک نیز در شکل های (۹) و (۱۰) آمده است. مقادیر چقرمگی شکست نمونه های ۲، ۵ و ۸ به ترتیب ۵، ۵/۸ و۷/۳ مگا پاسکال.جذر متر به دست آمد (جدول ۴). بررسی تصاویر مسیر انتشار ترک در این نمونه ها (شکل ۸) نشان می دهد که در نمونه ۸ مکانیزم های انحراف و انشعاب ترک بیش تری فعال شده و ترک مسیر پر پیچ و خم تری را طی کرده و در نتیجه انرژی بیش تری را مصرف نموده و این باعث شده است که مقدار چقرمگی شکست در این نمونه نسبت به سایر نمونه ها بالاتر باشد.



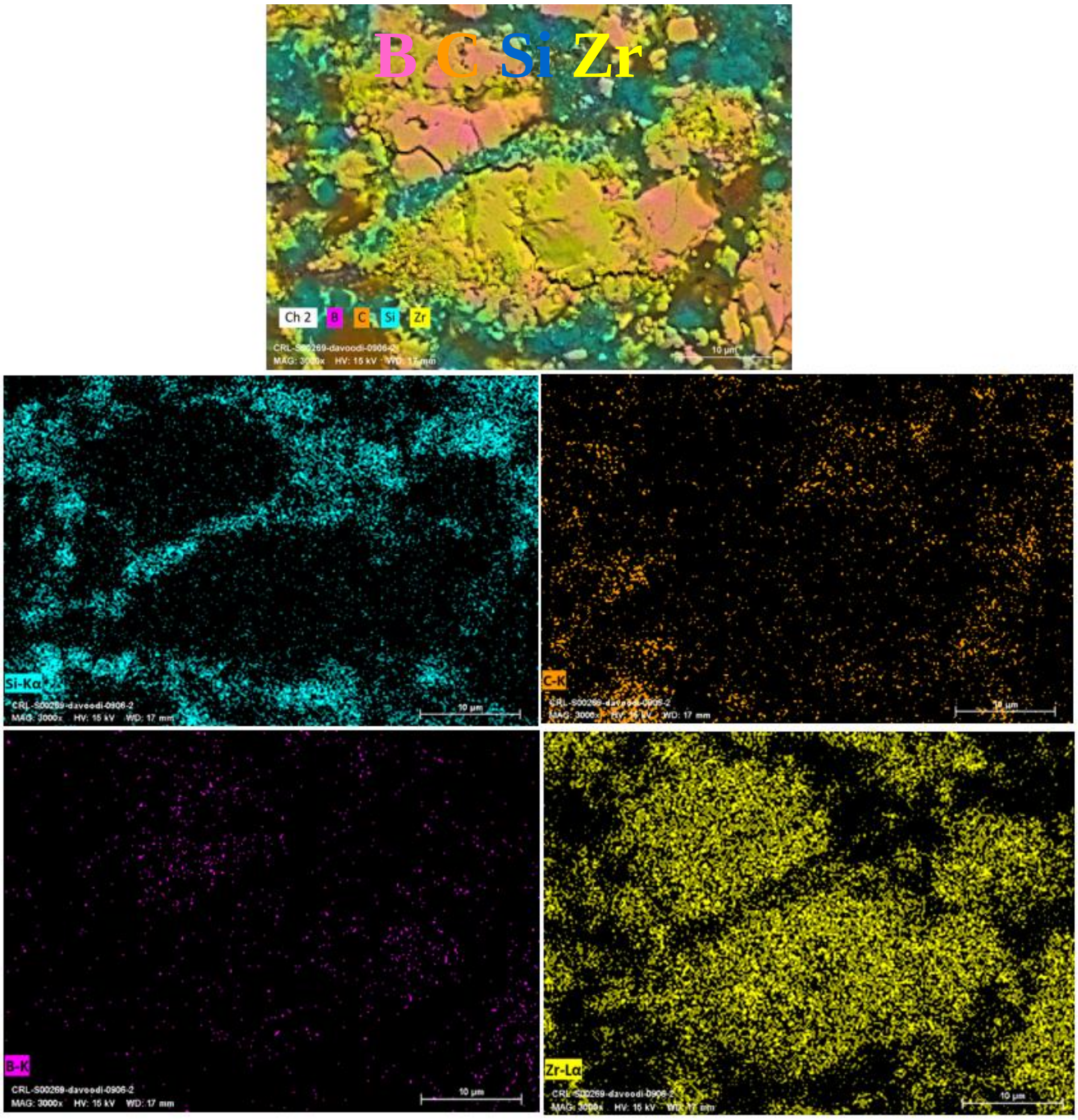
شکل ۷ منحنی های S/N چقرمگی شکست در برابر T, t, ZrC, Cnf

جدول ۶ نتایج ANOVA نشان دهنده اهمیت فاکتورهای SPS بر چقرمگی شکست

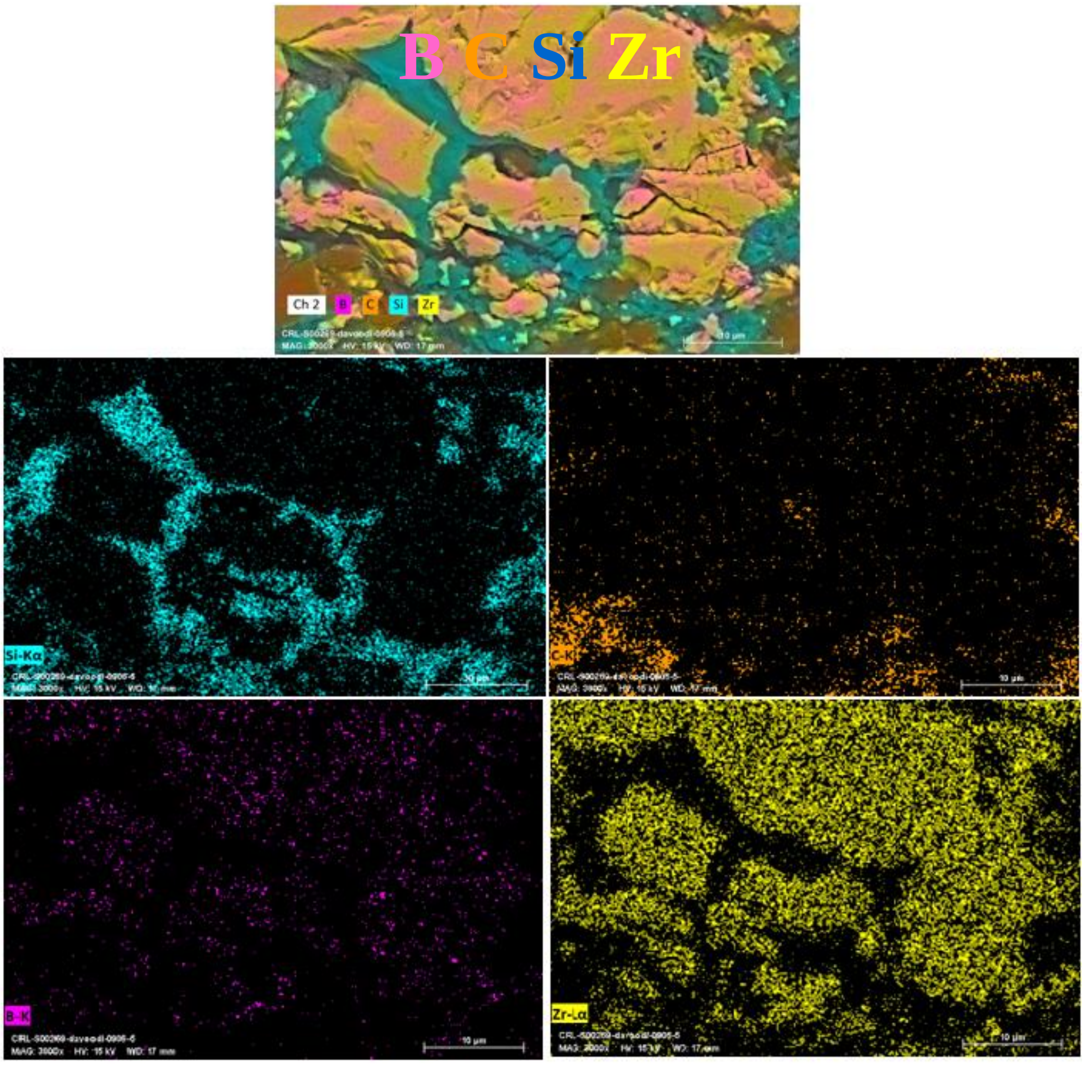
پارامترهای فرآیند	درجه آزادی (DOF)	مجموع مربعات (S)	واریانس (V)	مجموع خالص (S')	درصد مشارکت P(%)
دمای تفجوشی	۲	۲۱/۳۲۲۸	۱۰/۶۶۱۴	۲۱/۳۲۲۸	۸۴/۰
زمان ماندگاری	۲	۲/۶۵۴۳	۱/۳۲۷۲	۲/۶۵۴۳	۱۰/۵
محتوی Cnf	۲	۰/۵۵۶۸	۰/۲۷۸۴	۰/۵۵۶۸	۲/۲
محتوی ZrC	۲	۰/۸۰۵۸	۰/۴۰۲۸	۰/۸۰۵۷	۳/۳
خطای باقیمانده	۰				
مجموع	۸	۲۵/۳۳۹۷			۱۰۰



شکل ۸ تصاویر FE-SEM از انتشار ترک کامپوزیت های (الف) نمونه ۲، (ب) نمونه ۵، و (ج) نمونه ۸ (تورفتگی ترک)



شکل ۹ تحلیل نقشه عنصری اثر ایندنت ماکرو ویکرز در نمونه ۲



شکل ۱۰ تحلیل نقشه عنصری اثر ایندنت ماکرو ویکرز در نمونه ۵

نتیجه گیری

۹ عدد سرامیک پایه ZrB_2-SiC با مقادیر مختلف افزودنی های ZrC و CNF و شرایط فرآوری (دماهای ۱۷۲۵، ۱۸۰۰ و ۱۸۷۵ °C، زمان های ۴ و ۷ و ۱۰ دقیقه) از طریق روش SPS طبق آرایه L_9 تف جوشی شد. بر این اساس نتایج ذیل حاصل شده است.

۱. از آنجا که با افزایش دما و زمان فرآیند، تخلخل به طور چشم گیری کاهش یافت و کاهش تخلخل مؤثرترین عامل بر سختی و چقرمگی نهایی نمونه ها است، لذا میزان سختی و چقرمگی شکست نیز افزایش یافته، که دلیل اصلی آن کارآمد بودن فرآیند sps در کنترل اندازه دانه است. بر اساس آنالیز واریانس دما و زمان موثرترین متغیرها بر چقرمگی شکست (به ترتیب با سهم ۸۴٪ و ۱۰/۵٪) و سختی (با سهم ۷۴/۳٪ و ۱۵/۹٪) گزارش شده است.

۲. فاز ZrC سنتز شده درجا که چگالی بالاتری نسبت به دیگر فازها دارد به ذرات ZrB_2 و ZrC پیوسته و باعث تقویت رفتار تف جوشی نمونه ها شده است. حضور ZrC سبب کاهش میزان تخلخل می‌شود که دلیل آن تشکیل محلول جامد با ZrB2 است. علت اصلی افزایش سختی با حضور ZrC، عملکرد آن به‌عنوان یک ممانعت کننده از رشد دانه است. افزودن درصد حجمی CNF تا حدودی سبب افزایش سختی و چقرمگی شکست شده است.

۳. نمونه ۸ با ترکیب شیمیایی ZrB_2-25Vol%SiC-15ZrC-10CNF پخته شده در دمای ۱۸۷۵ درجه سانتی گراد به مدت ۷ دقیقه دارای بیشترین میزان سختی ویکرز (۳۳±۴۰۰ کیلوگرم بر میلی متر مربع) و چقرمگی شکست (۰/۴±۷/۳

مگاپاسکال. جذر متر) است. بررسی انتشار مسیر ترک نشان داد فعال شدن مکانیزم‌های سخت‌کننده مانند انحراف ترک و انشعاب در این نمونه، منجر به افزایش چقرمگی شکست نسبت به نمونه‌های دیگر شده است.

۴. در مجموع هم‌افزایی نانو الیاف کربن و زیرکونیوم کاربید تا ۱۵ درصـد حجمی، اثر مثبت و سـازنده‌ای در بهبود خواص فیزیکی، مکانیکی و نیز ریزساختار ایفا نمودند.

واژه نامه

اسپارک پلاسما زینترینگ — Spark plasma sintering (SPS)

سرامیک‌های فوق دما بالا — Ultra High Temperature Ceramics (UHTCs)

تف جوشی — Sintering

کامپوزیت‌های پایه دی بوراید زیرکونیوم — ZrB_2-SiC Composite based (ZS)

زیرکونیوم کارباید — Zirconium carbide (ZrC)

سیلیکون کارباید — Silicon carbide (SiC)

نانو الیاف کربن — Carbon nano fiber (CNFs)

افزودنی — Additive

هم‌افزایی — Synergic

ناهمسانگرد — Anisotropic

ضریب خود نفوذ — Self-diffusion coefficient

سنتز درجا — In-situ synthesize

محلول جامد — Solid solution

خواص فیزیکی — Physical properties

خواص مکانیکی — Mechanical properties

چگالش — Densification

تخلخل باز — Open porosity

شناسایی فازها — Identify phases

ریزساختار — Microstructure

پخت پذیری — ability Sinter

انتشار — Propagation

کلوخه شدن — Agglomeration

تست خم کاری سه نقطه — Three-point bending test

استحکام خمشی — Flexural strength

سختی ویکرز — Vickers hardness

گوه فرو رونده — Indent

تست تیر بریدگی تک لبه — Single point notch beam test (SENB)

چقرمگی شکست — Fracture toughness

انحراف ترک — Crack deflection

انشعاب ترک — Crack branching

گسیختگی الیاف — Fiber debonding

شکست ذره — Grain fracture

بهینه‌سازی — Optimization

طراحی آزمایش‌ها — Design of experiment

روش تاگوچی — Taguchi method

آرائه متعامد — Orthogonal array

تحلیل واریانس — Analysis of variance (ANOVA)

زمان نگهداری — Dwell time

آسیاب گلوله‌ای — Ball mill

میکروسکوپ الکترونی روبشی — Scanning electron microscope (SEM)

میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی — Field emission scanning electron microscope (FE-SEM)

میکروسکوپ الکترونی عبوری — Transmission electron microscope (TEM)

آنالیز پراش اشعه پرتو ایکس — X-ray diffraction analysis (XRD)

طیف سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس — Energy dispersive X-ray spectroscopy analysis (EDS)

آنالیز عنصری — Mapping analysis (MAP)

ظاهر شناسی — Morphology

شوک حرارتی — Thermal shock

تقدیر و تشکر

مراجع

[1] J.K. Sonber, T.S.R.Ch. Murthy, C. Subramanian, N. Krishnamurthy, et al., "Effect of CrSi2 and HfB2 addition on densification and properties of ZrB2", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 31, no.2, pp. 125-131, (2012). https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2011.10.001

[2] T.G. Aguirre, C. L. Cramer, E. Cakmak , M. J. Lance , R. A. Lowden, "Processing and microstructure of ZrB2–SiC composite prepared by reactive spark plasma sintering", *Results in Materials*, vol.11, no.1, pp. 200-217, (2021).https://doi.org/10.1016/j.rinma.2021.100217

[3] I. Farahbakhsh, Z. Ahmadi and M. Shahedi Asl, Densification, "microstructure and mechanical properties of hot pressed ZrB2–SiC ceramic doped with nano-sized carbon black", *Ceramics International*, vol. 43, no. 11, pp. 8411-8417. (2017). https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.03.188

[4] M. Shahedi Asl, Y. Pazhouhanfar , A. Sabahi Namini , S. Shaddel and M. Fattahi, "Role of graphite nano-flakes on the characteristics of ZrB2-based composites reinforced with SiC whiskers", *Diamond and Related Materials*, vol. 10, no.5, pp. 1077-1086, (2020). https://doi.org/10.1016/j.diamond.2020.107786

[5] E.W. Neuman, G.E. Hilmas and W.G. Fahrenholtz, "Processing, microstructure, and mechanical properties of large-grained zirconium diboride ceramics", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 1, no.2, pp. 196-204, (2016). https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.06.017

[6] M.R. Derakhshandeh, A. Fazili , R. Behjat Golenji , F. Alipour , M. J. Eshraghi and L. Nikzad, "Fabrication of (TixZr1−x)B2-(ZrxTi1−x)N composites by reactive spark plasma sintering of ZrB2-TiN ", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 10, no.5, pp. 887-899, (2021). https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.161403

[7] Z. Wang, Z. Wu and G. Shi, "The oxidation behaviors of a ZrB2–SiC–ZrC ceramic", *Solid State Sciences*, vol. 13, no.3, pp. 534-538, (2011). https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2010.12.022

[8] M. Shahedi Asl, I. Farahbakhsh and B. Nayebi, "Characteristics of multi-walled carbon nanotube toughened ZrB2–SiC ceramic composite prepared by hot pressing", *Ceramics International*, vol. 42, no.1, pp. 1950-1958, (2016). https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.09.165

[9] M. Shahedi Asl, B. Nayebi and M. Shokouhimehr, "TEM characterization of spark plasma sintered ZrB2–SiC–graphene nanocomposite", *Ceramics International*, vol. 44, no.13, pp. 15269-15273, (2018). https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.05.170

[10] F. Monteverde, C. Melandri and S. Guicciardi, "Microstructure and mechanical properties of an HfB2+30vol.% SiC composite consolidated by spark plasma sintering", *Materials Chemistry and Physics*, vol. 100, no.2, pp. 513-519, (2006). https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2006.02.003

[11] G. Davoudi, M. M. Sheikhi, Z. Balak, S. Yousefzadeh, "Applying the Taguchi to Optimization *the densification*, and flexural strength of ZrB2–SiC–ZrC-CNFs", *Materials Chemistry and* Physics, vol. 301, no.1, pp. 127625-127633, (2023). https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2023.127625

[12] M. Shahedi Asl, B. Nayebi, Z. Ahmadi, M. Jaberi Zamharir and M. Shokouhimehr, "Effects of carbon additives on the properties of ZrB2–based composites, A review", *Ceramics International*, vol. 44, no.7, pp. 7334-7348, (2018). https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.01.214

[13] S. Zhou, Z. Wang, X. Sun and J. Han, "Microstructure, mechanical properties and thermal shock resistance of zirconium diboride containing silicon carbide ceramic toughened by carbon black", *Materials Chemistry and Physics*, vol. 122, no.2, pp. 470-473, (2010). https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2010.03.028

[14] A. Rezapour, Z. Balak, "Fracture toughness and hardness investigation in ZrB2–SiC–ZrC composite", *Materials Chemistry and Physics*, vol. 241, no.4, pp. 122284-122396, (2020). https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2019.122284

[15] Z. Nasiri, M. Mashhadi and A. Abdollahi, "Effect of short carbon fiber addition on pressureless densification and mechanical properties of ZrB2–SiC–Csf nanocomposite", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 51, no.2, pp. 216-231, (2015).https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2015.04.005

[16] Z. Balak, M. Zakeri, M. Rahimipour and E. salahi, "Taguchi design and hardness optimization of ZrB2-based composites reinforced with chopped carbon fiber and different additives and prepared by SPS", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 639, no.1, pp. 617-625, (2015). https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.03.131